ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА И ИНДИЯ

ГОСТ 22519.6—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:546.815.06:006.354+669.873:546.682.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

Метод определения свинца и индия

ГОСТ 22519.6—77

THALLIUM. Method for the determination of lead and indium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения свинца (при массовой доле свинца от 0,00005 до 0,01 %) и индия (при массовой доле индия от 0,00005 до 0,0001 %) в таллии марок Тл00, Тл0 и Тл1 по ГОСТ 18337.

Метод основан на предварительном отделении свинца и индия на гидроксиде железа, экстракции соосадившегося таллия и их полярографическом определении на фоне раствора соляной кислоты 3 моль/дм^3 в пределах поляризации ртутного капающего электрода от минус 0,3 до минус 0,8 В по отношению к насыщенному каломельному или внутреннему ртутному электродам сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 22519.0.
(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф осциллографический или полярограф переменного тока любого типа.
Воронки стеклянные фильтрующие № 2 типа ВФ диаметром 28—30 мм по ГОСТ 23932.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 1:3.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 (насыщенная бромом) и 1:3.
Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.
Кислота хлорная, 57 %-ный раствор (8,5 моль/дм^3).
Бром по ГОСТ 4109.
Железо азотнокислое, раствор 70 г/дм^3.
Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.
Натрий сернистокислый (сульфит натрия), раствор 100 г/дм^3.
Индий по ГОСТ 10297, марки Ин0.
Свинец по ГОСТ 3778, марки С0.
Стандартные растворы свинца

Раствор А; готовят следующим образом: навеску свинца массой 0,100 г растворяют в 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг свинца.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 стандартного раствора А свинца помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг свинца.

Стандартные растворы индия

Раствор А; готовят следующим образом: навеску индия массой 0,100 г растворяют в 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг индия.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг индия.

Раствор В; готовят следующим образом: 1 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,001 мг индия.

Раствор В применяют свежеприготовленным.

Градуировочные растворы свинца и индия; готовят следующим образом: к навескам таллия массой 1,000 или 5,000 г (см. табл. 1) перед их разложением в азотной кислоте, отмеривают микропипетками стандартные растворы свинца и индия и далее ведут подготовку, как указано в разд. 3. Разбавление объемов растворов пробы с добавками и концентрации добавок в них указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля таллия в пробе, %	Навеска таллия, г	Количество добавленного стандартного раствора						Вместимость пипетки, см³	Массовая концентрация добавки в растворе пробы, мг/дм³	
		свинца			индия					
		Обозначение раствора	см³	мг	Обозначение раствора	см³	мг		свинца	индия
99,9995	5,000	Б	0,15	0,0015	В	0,25	0,00025	5	0,3	0,05
99,9995	5,000		0,3	0,003		0,5	0,0005	5	0,6	0,10
99,999	5,000		0,3	0,003		0,3	0,0003	5	0,6	0,06
99,999	5,000		0,5	0,005		0,6	0,0006	5	1	0,12
99,99	1,000	А	0,3	0,03	Б	0,2	0,002	10	3	0,2
99,99	1,000		0,5	0,05		0,4	0,004	10	5	0,4
99,98	1,000		1,0	0,1		0,2	0,002	20	5	0,2
99,98	1,000		1,5	0,15		0,4	0,004	20	7,5	0,4

Эфир-β, β′-дихлордиэтиловый (хлорекс).

Ртуть по ГОСТ 4658.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску таллия массой 1,000 г (при массовой доле таллия 99,98—99,99 %) или 5,000 г (при массовой доле таллия 99,999—99,9995 %), приливают соответственно 10 и 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота, приливают 50 см³ воды, 1 см³ раствора азотнокислого железа, приливают аммиак до ощутимого запаха и затем 2 см³ в избыток. Приливают 2 см³ раствора сульфита натрия и коагулируют выделившиеся в осадок гидроксиды железа, свинца и индия на теплом месте в течение 20—25 мин. Осадок отфильтровывают на стеклянный фильтр и промывают четыре раза горячей водой. Фильтрат с промывными водами отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, насыщенной бромом, малыми порциями и собирают раствор в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксидов металлов. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100—120 см³, приливают 20 см³ хлорекса,одну-две капли брома и экстрагируют таллий при умеренном встряхи-

вании в течение 2 мин. Органический слой сливают, приливают еще 20 см³ хлорекса,одну каплю брома и экстракцию таллия повторяют. Органический слой после отстаивания осторожно и полностью сливают через кран, водный слой сливают через горловину воронки в стаканчик вместимостью 50 см³. Приливают 2 см³ бромистоводородной кислоты и выпаривают до объема 1—2 см³. Приливают по 1 см³ хлорной и азотной кислот и выпаривают до прекращения выделения паров хлорной кислоты.

К остатку приливают пипеткой 5; 10 или 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, насыпают около 0,5 г железного порошка, оставляют до восстановления трехвалентного железа (до обесцвечивания), переносят содержимое стакана в электролизер, придерживая частички железа у дна магнитом, и проводят полярографирование свинца и индия при оптимальной чувствительности осциллографического или переменно-токового полярографа в пределах поляризации ртутного капающего электрода от минус 0,3 до минус 0,8 В по отношению к насыщенному каломельному или внутреннему ртутному электродам сравнения.

Аналогично этому полярографируют градуировочные растворы и раствор контрольной пробы. Вычитают значение высоты волны контрольного опыта из высоты волны пробы и обрабатывают результаты анализа.

Осциллографический полярограф применяют при анализе свинца и индия в таллии при массовой доле его 99,98—99,99 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свинца или индия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot C}{(H_1 - H) \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота волны свинца или индия при полярографировании раствора пробы, мм;

H_1 — высота волны свинца или индия при полярографировании пробы со стандартной добавкой, мм;

m — масса навески таллия, г;

V — объем раствора пробы, см³;

C — массовая концентрация стандартной добавки свинца (индия) в градуировочном растворе, мг/дм³.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свинца или индия, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %		Допускаемое расхождение результатов анализа, %	
	Свинец	Индий	Свинец	Индий
От 0,00005 до 0,00010 включ.	0,00003	0,00003	0,00004	0,00004
Св. 0,00010 » 0,00020 »	0,00005	0,00005	0,00008	0,00008
» 0,00020 » 0,00050 »	0,00010	0,00010	0,00015	0,00015
» 0,00050 » 0,00100 »	0,00030	—	0,00040	—
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	—	0,0006	—
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	—	0,0008	—
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	—	0,0015	—

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.П. Сычев, М.Г. Саюн, В.И. Лысенко, И.А. Романенко, В.А. Колесникова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10.05.77 № 1171

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 4 от 21.10.93)

За принятие проголосовали:

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

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 2062—77	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3778—77	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 4658—73	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 9849—86	2
ГОСТ 10297—94	2
ГОСТ 18337—80	Вводная часть
ГОСТ 22519.0—77	1.1
ГОСТ 23932—90	2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1983 г., марте 1987 г., июне 1996 г. (ИУС 5—83, 6—87, 9—96)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.02.98. Подписано в печать 01.04.98. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,53. Тираж 119 экз. С/Д 4417. Зак. 114.

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