ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

ГОСТ 22519.7—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873 : 546.811.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

Метод определения олова

ГОСТ 22519.7—77

THALLIUM. Method for the determination tin

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения олова (при м ассовой доле олова от 0,00005 до 0,0001 %) в таллии марок Тл000, Тл00 и Тл0 по ГОСТ 18337.

Метод основан на предварительном отделении олова на гидроксиде бериллия из азотнокис лого раствора в присутствии трилона Б и полярографическом определении его на фоне, соде ржащем раствор хлористого натрия 1,72 моль/дм ^{3} и раствор соляной кислоты 3 моль/дм ^{3}, при потенциале минус 0,52 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

(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.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота аскорбиновая.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Бериллий азотнокислый четырехводный, раствор 50 г/дм ^{3} или бериллий сернокислый четы рехводный, раствор 40 г/дм ^{3}.

Содержание бериллия в 1 см ^{3} составляет 10 мг.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159 или гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Железо азотнокислое, раствор 70 г/дм ^{3}.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Олово по ГОСТ 860, марки 01.

Стандартный раствор олова; готовят следующим образом: 0,100 г истертого в порошок оло ва помещают в коническую колбу вместимостью 250 см ^{3}, приливают 10 см ^{3} серной кислоты и нагре вают до полного растворения навески, не доводя до выделения серного ангидрида. Охл аждают, приливают 100 см ^{3} хлоридного раствора, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм ^{3}, разбавляют до метки хлоридным раствором и перемешивают.

1 см ^{3} стандартного раствора содержит 0,1 мг олова.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Градуировочные растворы олова; готовят следующим образом: в семь мерных колб вместим остью до 200 см^3 отмеривают соответственно 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 и 2,0 см ^{3} стандартного раствора олова, разбавляют до метки фоновым электролитом и перемешивают. Градуировочные раст воры содержат соответственно 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 1 мг/дм ^{3} олова.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 дм ^{3} помещают 10 см^3 аммиака, 200 см^3 воды, 2 г трилона Б, разбавляют до указанного объема и перемешивают.

Динатриевая соль этилендиамин-N, N, N′, N′- тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Фоновый электролит; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 дм ^{3} помещают 100 г хлористого натрия, 10 г гидразина дигидрохлорида (гидроксиламина гидрохлор ида), 335 см^3 соляной кислоты, разбавляют до указанного объема водой и перемешивают.

Хлоридный раствор; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 дм ^{3} помещают 100 г хлористого натрия, 335 см ^{3} соляной кислоты, разбавляют до указанного объема водой и перемешивают.

Ртуть по ГОСТ 4658.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В коническую колбу вместимостью 100 см ^{3} помещают навеску таллия массой 5,000 г, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до растворения, приливают 50 см ^{3} воды, 1 см^3 раствора азотнокислого железа, нагревают до 80—90 °С, приливают аммиак до полного выделения гидроксидов железа и олова и в избыток 3 см ^{3}. Осадок коагулируют на теплом месте в течение 15—20 мин, затем отфильтровывают его на стеклянный фильтр (без вакуума), промыв ают четыре раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют 30 см ^{3} горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 3, с добавкой 6—8 капель пероксида водорода, после чего фильтр промывают 20 см ^{3} воды. Раствор и промывные воды собирают в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксидов железа и олова. Пр иливают 2 см^3 раствора азотнокислого бериллия, раствор нейтрализуют аммиаком до слабого запах а, прибав ляют около 1 г трилона Б, перемешивают, прибавляют 2 см ^{3} аммиака в избыток, коагулируют осадок гидроокисей бериллия и олова при температуре 35—40 °С в течение 15—20 мин. Осадок отфи льтро вывают на стеклянный фильтр (без вакуума), промывают 3—4 раза промывной жидкостью, не взмучивая осадка, и два раза теплой водой. Жидкость с фильтра должна стечь (в носике ворон ки не должно быть жидкости). Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 5 или 10 см ^{3} фонового электролита, предварительно обмыв этим количеством стенки колбы, в которой велось осаждение. Раствор собирают в чистый сухой стакан вместимостью 50 см^3.

К раствору прибавляют около 10 мг аскорбиновой кислоты, перемешивают, заливают в электролизер и проводят полярографирование в области поляризации ртутного капаю щего электрода от минус 0,4 до минус 0,7 В по отношению к насыщенному каломельному или ртутному электр одам сравнения с применением осциллографического или переменно-токового полярографо в. Аналогич но этому полярографируют градуировочные растворы и раствор контрольного опыта.

Значение высоты волны раствора контрольного опыта вычитают из высоты волны раствора пробы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю олова (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота волны олова при полярографировании раствора пробы, мм;

V — объем раствора пробы, см ^{3};

K — значение отношения высоты волны олова градуировочного раствора к его массовой к онцентрации, мм · дм^3/мг;

m — масса навески таллия, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (пока затель сходимости) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать 0,00003 %, а результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) — 0,00004 %.

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 станда ртов 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 860—75	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4658—73	2
ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 18337—80	Вводная часть
ГОСТ 22159—76	2
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 *О.Н.Власова*
Корректор *Р.А.Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 26.02.98. Подписано в печать 07.04.98. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,37.
Тираж 119 экз. С/Д 3659. Зак. 838.

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