ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ, КАДМИЯ И ЦИНКА

ГОСТ 22519.5—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

Метод определения меди, кадмия и цинка

ГОСТ 22519.5—77

THALLIUM. Method for the determination of copper, cadmium and zink

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения меди (при массовой доле меди от 0,000005 до 0,003 %), кадмия (при массовой доле кадмия от 0,000005 до 0,003 %) и цинка (при массовой доле цинка от 0,000005 до 0,003 %), в талии марок Тл00, Тл0 и Тл1 по ГОСТ 18337.

Метод основан на отделении таллия (III) экстракцией дихлордиэтиловым эфиром (хлорексом), теллура (IV) метилизобутилкетоном из растворов бромистоводородной кислоты 3—4 моль/дм^3 и полярографическом определении меди, кадмия и цинка на фоне, содержащем аммиак и хлористый аммоний, в присутствии сульфита натрия, в пределах поляризации ртутного капающего электрода от минус 0,3 до минус 1,6 В по отношению к насыщенному каломельному или внутреннему ртутному электродам сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота хлорная, 57 %-ный раствор (8,5 моль/дм^3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Бром по ГОСТ 4109.

Медь по ГОСТ 859 марки М00.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия).

Кадмий по ГОСТ 1467, марки Кд0.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Цинк металлический гранулированный.

Стандартные растворы меди.

Раствор А; готовят следующим образом: навеску меди массой 0,100 г растворяют в 10 см^3 азотной кислоты и выпаривают досуха. Приливают 2 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Приливают 50 см^3 соляной кислоты, 200 см^3 воды, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

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

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг меди.

Раствор В; готовят следующим образом: 1 см^3 стандартного раствора А меди помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 25 см^3 воды, охлаждают, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,001 мг меди.

Раствор В применяют свежеприготовленным.

Стандартные растворы кадмия.

Раствор А; готовят следующим образом: навеску кадмия массой 0,100 г растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Приливают 2 см^3 соляной кислоты, и выпаривают до влажного остатка. Приливают 50 см^3 соляной кислоты, 200 см^3 воды, 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 кадмия.

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

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг кадмия.

Раствор В; готовят следующим образом: 1 см^3 стандартного раствора А кадмия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 25 см^3 воды, охлаждают, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 0,001 мг кадмия.

Раствор В применяют свежеприготовленным.

Стандартные растворы цинка

Раствор А; готовят следующим образом: навеску цинка массой 0,100 г растворяют в 50 см^3 соляной кислоты, приливают 200 см^3 воды, 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 цинка.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 стандартного раствора А цинка помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, охлаждают, разбавляют до метки водой и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

1 см^3 раствора содержит 0,01 мг цинка.

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

Таблица 1

№ п/п	Массовая доля таллия в пробе, %	Навеска таллия, г	Добавлено стандартного раствора									Вместимость пипетки, мл	Массовая концентрация добавки в растворе пробы, мг/дм^3		
			меди			кадмия			цинка						
			Обозначение раствора	см^3	мг	Обозначение раствора	см^3	мг	Обозначение раствора	см^3	мг		меди	кадмия	цинка
1	99,9995	5,000	В	0,25	0,00025	В	0,25	0,00025	Б	0,25	0,0025	5	0,05	0,05	0,5
2	99,9995	5,000	В	0,4	0,0004	В	0,4	0,0004	Б	0,4	0,004	5	0,08	0,08	0,8
3	99,999	5,000	Б	0,1	0,001	В	0,25	0,00025	Б	0,25	0,0025	5	0,2	0,05	0,5
4	99,999	5,000	Б	0,2	0,002	В	0,4	0,0004	Б	0,4	0,004	5	0,4	0,08	0,8
5	99,99	1,000	А	0,1	0,01	Б	0,3	0,003	Б	0,5	0,005	10	1	0,3	0,5
6	99,99	1,000	А	0,2	0,02	Б	0,5	0,005	Б	0,8	0,008	10	2	0,5	0,8
7	99,98	1,000	А	0,1	0,01	А	0,1	0,01	А	0,1	0,01	20	0,5	0,5	0,5
8	99,98	1,000	А	0,2	0,02	А	0,2	0,02	А	0,2	0,02	20	1	1	1

Фоновый электролит. В 1 дм^3 раствора содержится 100 г хлористого аммония и 100 см^3 аммиака.

В случае полярографирования на осциллографическом полярографе 1 дм^3 фонового электролита должен содержать 20 см^3 раствора желатина. Фоновый электролит устойчив в течение 7 дней.

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

Метилизобутилкетон.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 20 г/дм^3, свежеприготовленный.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В коническую колбу вместимостью 100 см^3 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 азотную кислоту, разбавленную 1:1 (к навеске массой 1,000—2,000 г 4—6 см^3, к навеске массой 5,000 г 8 см^3, в колбу с контрольной пробой соответственно — 4, 6, 8 см^3), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Стекло убирают и пробу выпаривают до влажного остатка. Охлаждают и приливают к пробе, содержащей навеску 1,000 г — 2 см^3, к пробам, содержащим навески 2,000 г и 5,000 г — соответственно 5 и 10 см^3 соляной кислоты и осторожно выпаривают до полного удаления оксидов азота.

К остатку приливают раствор бромистоводородной кислоты с (HBr)=4 моль/дм^3 (к пробе с навеской массой 1,000—2,000 г 10—15 см^3, к пробе с навеской массой 5,000 г 20 см^3), соответственно 0,5 и 1 или 3 см^3 брома, накрывают часовым стеклом и оставляют до полного растворения таллия на теплом месте при периодическом перемешивании.

Раствор пробы (выделяющий пары брома) после охлаждения переводят в делительную воронку вместимостью 120—150 см^3, приливают к растворам, содержащим навеску пробы 1,000 г — 20 см^3, 2,000 г — 30 см^3, к раствору, содержащему навеску 5,000 г — 60 см^3 хлорекса, ополоснув им предварительно колбу, в которой проводилось разложение, и экстрагируют таллий при медленном встряхивании в течение 2 мин. После разделения фаз органический слой отбрасывают, в делительную воронку приливают в соответствии с навеской пробы 10; 20 или 30 см^3 хлорекса, 1—2 капли брома и экстракцию таллия повторяют. После сброса второй порции хлорекса экстракцию таллия повторяют еще два раза.

Водный слой, после сброса хлорекса, переливают через горловину в другую делительную воронку, прибавляют 1—2 капли брома, 10 см^3 хлорекса, встряхивают в течение 2 мин. После тщательного отделения хлорекса водный слой сливают через горловину в стакан вместимостью 50 см^3, выпаривают до объема 3—4 см^3, приливают 1 см^3 хлорной кислоты и выпаривают до выделения паров последней, приливают 1 см^3 азотной кислоты и продолжают выпаривать почти до полного удаления хлорной кислоты.

При наличии в таллии теллура, что устанавливают предварительно, таллий экстрагируют, как указано до перевода водного слоя в другую воронку, но вместо хлорекса прибавляют 15 см^3 метилизобутилкетона (бром не добавляют) и экстрагируют теллур, индий и остатки таллия в течение 1 мин. Водный слой помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и далее поступают, как указано выше.

К остатку после выпаривания кислоты приливают 5—10 или 20 см^3 фонового электролита (см. табл. 1), прибавляют на каждые 5 см^3 около 50 мг сульфита натрия, перемешивают и проводят полярографирование меди, кадмия и цинка соответственно при потенциалах пиков минус 0,52, минус 0,82 и минус 1,4 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. В аналогичных условиях полярографируют раствор контрольной пробы и градуировочные растворы. Значение высоты волны контрольного опыта вычитают из высоты волны пробы и обрабатывают результаты анализа.

Осциллографический полярограф применяют при анализе меди, кадмия и цинка в таллии с массовой долей его 99,98—99,99 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю меди, кадмия или цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где H — высота волны меди (кадмия или цинка) при полярографировании раствора пробы, мм;

H_1 — высота волны меди (кадмия или цинка) при полярографировании раствора пробы со стандартной добавкой, мм;

V — объем раствора пробы, $см^3$;

C — массовая концентрация стандартной добавки меди (кадмия или цинка) в градуировочном растворе, $мг/дм^3$;

m — масса навески таллия, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

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 меди, кадмия или цинка, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %			Допускаемое расхождение результатов анализа, %		
	Медь	Кадмий	Цинк	Медь	Кадмий	Цинк
От 0,000005 до 0,000010 включ.	0,000003	0,000003	—	0,000004	0,000004	—
Св. 0,000010 » 0,000020 »	0,000005	0,000005	0,000005	0,000008	0,000008	0,000008
» 0,000020 » 0,000050 »	0,000010	0,000010	0,000010	0,000015	0,000015	0,000015
» 0,000050 » 0,000100 »	0,000030	0,000030	0,000030	0,000040	0,000040	0,000040
» 0,00010 » 0,00020 »	0,00005	0,00005	0,00005	0,00008	0,00008	0,00008
» 0,00020 » 0,00050 »	0,00010	0,00010	0,00010	0,00015	0,00015	0,00015
» 0,00050 » 0,00100 »	0,00030	0,00030	0,00030	0,00040	0,00040	0,00040
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0005	0,0005	0,0008	0,0008	0,0008

(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 859—78	2
ГОСТ 1467—93	2
ГОСТ 2062—77	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 3773—72	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4658—73	2
ГОСТ 11293—89	2
ГОСТ 18337—80	Вводная часть
ГОСТ 22519.0—77	1.1

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 *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.02.98. Подписано в печать 30.03.98. Усл. печ. л. 0,930.
Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 120 экз. С/Д 4416. Зак. 115.

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