ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЕБРА

ГОСТ 22519.3—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:546.57.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

Метод определения серебра

ГОСТ 22519.3—77

THALLIUM. Method for the determination of silver

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает колориметрический метод определения серебра (при массовой доле серебра от 0,00003 до 0,0003 %) в таллии марок Тл00 и Тл0 по ГОСТ 18337.

Метод основан на вытеснении ионов меди из диэтилдитиокарбаматного комплекса ионами серебра. Уменьшение интенсивности окраски диэтилдитиокарбамата меди в четыреххлористом углероде при pH 4 пропорционально концентрации серебра в водном растворе. Таллий, мешающий определению серебра, предварительно удаляют экстракцией эфиром из раствора, содержащего бромистоводородную кислоту.

Чувствительность метода 0,2 мкг в объеме 1 $см^3$.

(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

Пробирки из бесцветного стекла с плоским дном и притертыми пробками диаметром 16 или 18 мм.

Воронки делительные вместимостью 100—150 $см^3$.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2 и раствор 0,1 моль/$дм^3$.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, растворы 8 и 2 моль/$дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 и раствор 0,2 моль/$дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Бром по ГОСТ 4109.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 г/$дм^3$.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Эфир β, β′-дихлордиэтиловый (хлорекс).

Ацетатный буферный раствор с pH 4,0; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ отмеривают 11,5 $см^3$ уксусной кислоты, приливают около 500 $см^3$ воды, перемешивают, прибавляют 5,44 г уксуснокислого натрия, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Диэтилдитиокарбамат натрия по ГОСТ 8864, раствор 10 г/$дм^3$.

Диэтилдитиокарбамат меди, раствор в четыреххлористом углероде. Основной раствор диэтилдитиокарбамата меди; готовят следующим образом: 40 мг сернокислой меди растворяют в 40 $см^3$ воды, приливают аммиак до pH 9, 4,5 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия переносят в делительную воронку вместимостью 150—200 $см^3$ и экстрагируют четыреххлористым углеродом

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

порциями по 20 $см^3$ до получения бесцветного экстракта. Органические экстракты промывают в делительной воронке дважды водой и переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, разбавляют до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Разбавленный раствор диэтилдитиокарбамата меди; готовят следующим образом: 30 $см^3$ основного раствора разбавляют четыреххлористым углеродом в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$. Оптическая плотность разбавленного раствора диэтилдитиокарбамата меди по отношению к чистому четыреххлористому углероду должна быть 0,4—0,5.

Метиловый оранжевый, раствор 10 $г/дм^3$.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Серебро по ГОСТ 6836, марка Ср 999.

Стандартные растворы серебра.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г серебра растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:2, выпаривают до получения влажных солей, добавляют 7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг серебра.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 $см^3$ раствора А разбавляют раствором азотной кислоты 0,1 $моль/дм^3$ в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг серебра.

Раствор В; готовят следующим образом: 1 $см^3$ раствора Б разбавляют раствором азотной кислоты 0,1 $моль/дм^3$ в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

1 $см^3$ раствора В содержит 1 мкг серебра.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску таллия массой 0,500 г (при массовой доле таллия 99,98—99,99 %), 3,000 г (при массовой доле таллия 99,999—99,9995 %) помещают в колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют при нагревании соответственно в 4 и 8 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и осторожно выпаривают досуха. Приливают 3 и 10 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты 8 $моль/дм^3$ и выпаривают до влажных солей. Остаток растворяют в 8 или 20 $см^3$ раствора бромистоводородной кислоты 2 $моль/дм^3$ с добавкой 0,2 или 1 $см^3$ брома, переносят в делительную воронку. Колбу, в которой проводилось разложение пробы, ополаскивают 5 $см^3$ этой же кислоты и присоединяют к раствору в делительной воронке. Приливают в делительную воронку 10 $см^3$ или 30 $см^3$ хлорекса и медленно ее встряхивают в течение 3 мин. После расслоения органическую фазу сливают через кран, а к водному раствору в воронке добавляют две капли брома, 10 $см^3$ или 30 $см^3$ хлорекса и экстракцию повторяют, как указано выше. Органический слой сливают через кран и экстракцию таллия повторяют в третий раз.

После тщательного отделения хлорекса водный слой сливают через горло в стакан вместимостью 50 $см^3$, приливают 1 $см^3$ серной кислоты и по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора, охлаждают, споласкивают стенки стакана водой и повторяют выпаривание. К остатку приливают 5 $см^3$ воды, нагревают до кипения и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия по метиловому оранжевому, разбавляют до 40 $см^3$ (метка на воронке) ацетатным буферным раствором с pH 4, добавляют 1 $см^3$ разбавленного раствора диэтилдитиокарбамата меди и встряхивают воронку с раствором 2 мин. Дают раствору отстояться и сливают слой четыреххлористого углерода в пробирку.

Колориметрируют раствор визуально, сравнивая окраску раствора пробы с окраской эталонной шкалы, которую готовят одновременно с пробой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2. Приготовление шкалы эталонов

В делительные воронки приливают по 30 $см^3$ воды, добавляют 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4 $см^3$ раствора В, что соответствует 0; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4 мкг серебра, растворы нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия по метиловому оранжевому, разбавляют до объема 40 $см^3$ (метка на воронке) ацетатным буферным раствором с pH 4, добавляют 1 $см^3$ разбавленного раствора диэтилдитиокарбамата меди и встряхивают воронку с раствором 2 мин. Дают раствору отстояться и сливают слой четыреххлористого углерода в пробирку. Эталонная шкала устойчива в течение 30 мин.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m \cdot 10000},$$

где m_1 — масса серебра в окрашенном стандартном растворе, с которым совпала интенсивность окраски анализируемой пробы, мкг;

m — масса навески таллия, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 таблице.

Массовая доля серебра, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,00003 до 0,00005 включ.	0,00002	0,00002
Св. 0,00005 » 0,00010 »	0,00003	0,00004
» 0,00010 » 0,00030 »	0,00005	0,00007

(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 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 2062—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6836—80	2
ГОСТ 8864—71	2
ГОСТ 18337—80	Вводная часть
ГОСТ 20288—74	2
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 *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.02.98.Подписано в печать 30.03.98. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 119 экз. С/Д 4414. Зак. 117.

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