



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

ГОСТ 22519.7—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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 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
 Пар № 080102

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ТАЛЛИЙ****Метод определения олова**

THALLIUM. Method for the determination tin

**ГОСТ
22519.7—77**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает полярографический метод определения олова (при массовой 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 азотнокислого раствора в присутствии трилона Б и полярографическом определении его на фоне, содержащем раствор хлористого натрия 1,72 моль/дм³ и раствор соляной кислоты 3 моль/дм³, 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/дм³ или бериллий сернокислый четырехводный, раствор 40 г/дм³.

Содержание бериллия в 1 см³ составляет 10 мг.

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

Железо азотнокислое, раствор 70 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Олово по ГОСТ 860, марки 01.

Стандартный раствор олова; готовят следующим образом: 0,100 г истертого в порошок олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения навески, не доводя до выделения серного ангидрида. Охлаждают, приливают 100 см³ хлоридного раствора, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки хлоридным раствором и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,1 мг олова.

Градуировочные растворы олова; готовят следующим образом: в семь мерных колб вместимостью до 200 см³ отмеривают соответственно 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 и 2,0 см³ стандартного раствора олова, разбавляют до метки фоновым электролитом и перемешивают. Градуировочные растворы содержат соответственно 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 1 мг/дм³ олова.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 дм³ помещают 10 см³ аммиака, 200 см³ воды, 2 г трилона Б, разбавляют до указанного объема и перемешивают.

Динариевая соль этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Фоновый электролит; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 дм³ помещают 100 г хлористого натрия, 10 г гидразина дигидрохлорида (гидроксиламина гидрохлорида), 335 см³ соляной кислоты, разбавляют до указанного объема водой и перемешивают.

Хлоридный раствор; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 1 дм³ помещают 100 г хлористого натрия, 335 см³ 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 см³ помещают навеску таллия массой 5,000 г, приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до растворения, приливают 50 см³ воды, 1 см³ раствора азотнокислого железа, нагревают до 80—90 °С, приливают аммиак до полного выделения гидроксидов железа и олова и в избыток 3 см³. Осадок коагулируют на теплом месте в течение 15—20 мин, затем отфильтровывают его на стеклянный фильтр (без вакуума), промывают четыре раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют 30 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 3, с добавкой 6—8 капель пероксида водорода, после чего фильтр промывают 20 см³ воды. Раствор и промывные воды собирают в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксидов железа и олова. Приливают 2 см³ раствора азотнокислого бериллия, раствор нейтрализуют аммиаком до слабого запаха, прибавляют около 1 г трилона Б, перемешивают, прибавляют 2 см³ аммиака в избыток, коагулируют осадок гидроокисей бериллия и олова при температуре 35—40 °С в течение 15—20 мин. Осадок отфильтровывают 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 воронки не должно быть жидкости). Фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 5 или 10 см³ фонового электролита, предварительно обмыв этим количеством стенки колбы, в которой велось осаждение. Раствор собирают в чистый сухой стакан вместимостью 50 см³.

К раствору прибавляют около 10 мг аскорбиновой кислоты, перемешивают, заливают в электролизер и проводят полярографирование в области поляризации ртутного каплющего электрода от минус 0,4 до минус 0,7 В по отношению к насыщенному каломельному или ртутному электродам сравнения с применением осциллографического или переменного-токового полярографа. Аналогично 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

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

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

V — объем раствора пробы, см³;

K — значение отношения высоты волны олова градуировочного раствора к его массовой концентрации, мм · дм³/мг;

m — масса навески таллия, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель 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).