ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

# ТАЛЛИЙ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

## ГОСТ 22519.2—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

## 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 849—70 | 2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2 |
| ГОСТ 3652—69 | 2 |
| ГОСТ 4109—79 | 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 4328—77 | 2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2 |
| ГОСТ 5828—77 | 2 |
| ГОСТ 10929—76 | 2 |
| ГОСТ 18300—87 | 2 |
| ГОСТ 18337—80 | Вводная часть |
| ГОСТ 20478—75 | 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 *В.Е.Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.02.98. Подписано в печать 20.03.98. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,43.
Тираж 119 экз. С/Д 4413. Зак. 118.

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

УДК 669.873:546.74.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ТАЛЛИЙ

## Метод определения никеля

THALLIUM. Method for the determination of nickel

**ГОСТ 22519.2—77**

ОКСТУ 1709

**Дата введения 01.01.78**

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения никеля (при массовой доле никеля от 0,00002 до 0,0005 %) в таллии марки Тл0 по ГОСТ 18337.

Фотоколориметрическое определение никеля основано на цветной реакции ионов никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя. Основная масса таллия предварительно отделяется экстракцией эфиром из раствора соляной кислоты 6 моль/дм$^3$.

Чувствительность метода 1 мкг в объеме 25 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

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 20 г/дм$^3$.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 30 г/дм$^3$.

Бром по ГОСТ 4109.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, спиртовой раствор 10 г/дм$^3$.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм$^3$.

Никель по ГОСТ 849, марки Н0.

Стандартные растворы никеля.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г, металлического никеля растворяют в 10 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б; готовят следующим образом: 2 см$^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора Б содержит 2 мкг никеля.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Эфир диэтиловый (медицинский).

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

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

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

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

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. 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 %) помещают в колбу вместимостью 100 см³ и растворяют соответственно в 4 и 8 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 10—20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 0,5—2 см³ брома и слабо нагревают до полного растворения осадка хлорида таллия.

Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, стенки колбы обмывают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 30 см³ этилового эфира и встряхивают воронку в течение 1 мин. После разделения фаз солянокислый раствор переводят в другую делительную воронку, прибавляют 1—3 капли брома, 30 см³ эфира и экстракцию таллия повторяют, как указано выше. Солянокислый раствор сливают в стакан вместимостью 50 см³, прибавляют 0,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, выпаривают до паров серного ангидрида, добавляют несколько капель пероксида водорода (окисление органических веществ), охлаждают, обмывают стенки стакана 1—2 см³ воды и снова выпаривают до паров серной кислоты.

После охлаждения к остатку приливают 1 см³ раствора лимонной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до pH 7 (по универсальной индикаторной бумаге) и приливают 1 см³ в избыток, затем приливают 2,5 см³ раствора надсернокислого аммония, 2,5 см³ спиртового раствора диметилглиоксима и перемешивают. Окрашенный раствор диметилглиоксимата никеля количественно переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания около 450 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Раствором сравнения служит вода.

Количество никеля в колориметрируемом растворе устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 25 см³ отмеривают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б (что соответствует 0; 1; 2; 4; 6; 8 и 10 мкг никеля), разбавляют до объема 10 см³ водой, приливают 1 см³ раствора лимонной кислоты, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до pH 7 (по универсальной индикаторной бумаге) и приливают 1 см³ в избыток. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям никеля строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где $m_1$ — масса никеля,

$m$ — 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 никеля, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|---|---|---|
| От 0,00002 до 0,00005 включ. | 0,00001 | 0,00001 |
| Св. 0,00005 » 0,00010 » | 0,00003 | 0,00005 |
| » 0,00010 » 0,00020 » | 0,00005 | 0,00007 |
| » 0,00020 » 0,00050 » | 0,00008 | 0,00012 |

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

gost.e-ecolog.ru