ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ

ГОСТ 22519.4—77

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.873:546.22.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТАЛЛИЙ

Метод определения серы

ГОСТ 22519.4—77

THALLIUM. Method for the determination of sulphur

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает нефелометрический метод определения серы (при массовой доле от 0,0005 до 0,001 %) в таллии марки Тл0 по ГОСТ 18337.

Нефелометрическое определение серы основано на образовании взвеси сернокислого бария в соляно-глицериновой среде и измерении ее оптической плотности на фотоэлектроколориметре со светофильтром для нефелометрических определений. Предварительно отделяют таллий экстракцией эфиром из среды, содержащей раствор соляной кислоты 6 моль/дм^3.

Чувствительность метода 10 мкг в объеме 25 см^3.

(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

Фотоэлектроколориметр — нефелометр.

Светофильтр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Глицерин дистиллированный по ГОСТ 6824, сорт динамитный.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 100 г/дм^3.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Стандартные растворы серы.

Раствор А; готовят следующим образом: 1,109 г безводного сернокислого натрия растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,5 мг серы.

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 10 мкг.

Раствор Б применяют свежеприготовленным.

Эфир диэтиловый (медицинский).

Бром по ГОСТ 4109.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 растворяют в 5 см³ азотной кислоты и кипятят до удаления оксидов азота. Прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения осадка и обесцвечивания раствора. Раствор количественно переводят в делительную воронку, приливают 15 см³ эфира и встряхивают в течение 1 мин. После разделения фаз водный слой сливают в другую делительную воронку, прибавляют 1 см³ брома, 15 см³ эфира и экстракцию повторяют. Водный слой сливают в стакан вместимостью 50 см³ и выпаривают до влажного остатка. Приливают 1 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, приливают 5 см³ глицерина, перемешивают, приливают 3 см³ раствора хлористого бария, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Спустя 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, применяя светофильтр для нефелометрических измерений. Перед заливанием в кювету раствор несколько раз перемешивают. Раствором сравнения служит вода.

Количество серы в нефелометрируемом растворе устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 25 см³ отмеривают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0, 10, 20, 30, 40 и 50 мкг серы, приливают в каждую из них 1 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, воду до объема 15 см³, 5 см³ глицерина и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса серы, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески таллия, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) с доверительной вероятностью P=0,95 не должны превышать 0,0003 %, а результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) — 0,0004 %.

(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, перечисления, приложения
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4108—72	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 4166—76	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6824—96	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 *В.И. Кануркина*
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. 0,47. Уч.-изд.л. 0,37.
Тираж 120 экз. С/Д 4415. Зак. 116.

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